

⑩

Int. Cl.:

C 07 c, 101/34

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



⑪

Deutsche Kl.: 12 q, 6/01

⑫

⑬

⑭

⑮

⑯

⑰

⑱

# Offenlegungsschrift 2054 649

⑲ Aktenzeichen: P 20 54 649.0

⑳ Anmeldetag: 6. November 1970

㉑ Offenlegungstag: 10. Mai 1972

Ausstellungsriorität: —

㉒

Unionspriorität

㉓

Datum:

—

㉔

Land:

—

㉕

Aktenzeichen:

—

㉖

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von Salzen von  
N-Acyl-N-alkylaminopropionsäuren

㉗

Zusatz zu:

—

㉘

Ausscheidung aus:

—

㉙

Anmelder:

Chemische Werke Hüls AG, 4370 Marl

Vertreter gem. § 16 PatG: —

㉚

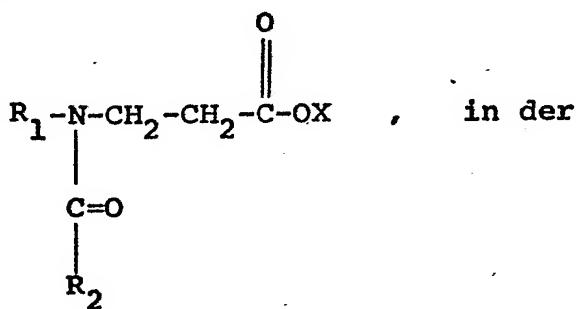
Als Erfinder benannt:

Amende, Joachim, Dr.; Schneider, Wolfgang, Dr.; 4370 Marl

DT 2054 649

CHEMISCHE WERKE HÜLS AG  
- Patentabteilung -4370 Marl, den 4. November 1970  
2067/GUnser Zeichen: O.Z.2513Verfahren zur Herstellung von Salzen  
von N-Acyl-N-alkylaminopropionsäuren

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Salzen von N-Acyl-N-alkylaminopropionsäuren der allgemeinen Formel



$\text{R}_1$  einen gesättigten oder ungesättigten Alkyl- oder Alkoxi-alkylrest mit 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen,

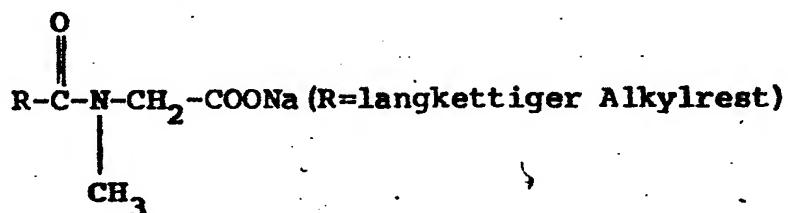
$\text{R}_2$  einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, einen gesättigten oder ungesättigten Carboxyalkylrest mit 3 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Carboxyphenylrest, und

$\text{X}$  ein Alkalimetall oder Ammonium bedeutet.

Die erfindungsgemäß hergestellten Produkte lassen sich als Textilhilfsmittel, insbesondere als Präparationsmittel für Textilfasern, mit Vorteil für Polyesterfasern, einsetzen.

Sie eignen sich jedoch auch als Emulgatoren, Netz- und Färbeihilfsmittel sowie zur Herstellung hautschonender Waschmittel und Seifen.

Die Verwendung von Salzen von N-Acyl-alkyl-aminoessigsäuren, also ähnlich aufgebauter Verbindungen, als Textilhilfsmittel ist bekannt. So werden in der deutschen Patentschrift 635 522 Verbindungen des Typs



und deren Einsatz als Textilhilfsmittel beschrieben. Die Herstellung dieser Verbindungen erfolgt durch Acylierung des N-Methyl-essigsäure-Natriumsalzes (Na-Sarkosinat) in wässriger Phase unter den Bedingungen einer Schotten-Baumann-Reaktion, nachdem das Natrium-Sarkosinat zuvor aus Monochloracetat und Methylamin erhalten wurde.

Diese Herstellungsweise ist mit großen Nachteilen behaftet. Bei einer Schotten-Baumann-Reaktion muss man bekanntlich große Verluste an Säurechlorid in Kauf nehmen, wodurch ein im technischen Maßstab durchgeführtes Verfahren sehr an Wirtschaftlichkeit einbüßt. Der größte Nachteil einer im technischen Maßstabe durchgeführten Schotten-Baumann-Reaktion ist jedoch der Zwangsanfall mehr als äquivalenter Mengen an Natriumchlorid neben beträchtlichen Mengen an Seifen. Diese unerwünschten Produkte stören und müssen in aufwendigen Reinigungsoperationen entfernt werden. Außerdem kann nicht unerwähnt bleiben, daß den unter verlustreichen Umsetzungen und mit Hilfe aufwendiger Reinigungsoperationen schließlich erhaltenen Salzen von N-Acyl-N-Alkyl-aminoessigsäuren ein unangenehmer, nicht definierbarer Geruch anhaftet, der sich nach längerem Stehen des Produktes noch verstärkt. Der Geruch dieser Produkte wird

vor allem bei ihrem Einsatz als Wasch- und Textilhilfsmittel als störend empfunden.

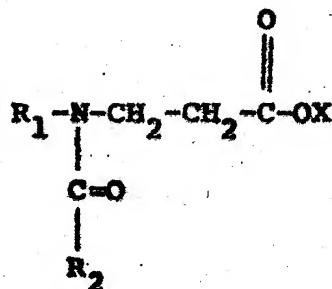
Man ist daher bereits dazu übergegangen, Salze von N-Acyl-N-alkyl-aminoessigsäuren gleichen oder analogen Typs (wie in der o.a. deutschen Patentschrift 635 522 beschrieben) herzustellen, indem man das N-Alkyl-essigsäure-Natriumsalz (Alkyl=Methyl oder Äthyl) mit Säureanhydriden höhermolekularer Fettsäuren mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen acyliert (DAS 1 127 359).

Durch diese Art der Herstellung werden zweifellos einige der o.a. Nachteile des älteren Standes der Technik vermieden; d.h. es wird weniger Acylierungsmittel durch unkontrollierte Nebenreaktionen verbraucht und dem Endprodukt haftet kein unangenehmer Geruch an.

Es wird jedoch keine Lehre gegeben, das beim Acylieren in äquivalenter Menge anfallende unerwünschte Nebenprodukt, die langkettige Fettsäure, in einfacher Weise zu entfernen.

Als Methode zum Abtrennen der molaren Menge Fettsäure wird empfohlen, mit wenigstens der doppelten Gewichtsmenge, bezogen auf die Fettsäure, an organischen Lösungsmitteln, wie Ligroin, Benzol oder Äthylendichlorid zu extrahieren und anschließend durch Dekantieren, Zentrifugieren u.ä. zu trennen (vgl. l.c. Spalte 6, Zeilen 35 bis 55). Es ist einleuchtend, daß bei technischen Verfahren ein echter Bedarf besteht, solche aufwendigen und langwierigen Operationen zu vermeiden.

Es wurde nun gefunden, daß die eingangs angeführten Salze von N-Acyl-N-alkylaminopropionssäuren der Formel



mit langkettigem Alkyl- und kurzkettigem Acylrest, welche eine ähnliche Struktur und als Textilhilfsmittel analoge Wirksamkeiten zeigen wie die Salze der o.a. N-Acyl-N-alkylaminosäuren, in sehr einfacher Weise hergestellt werden können, wenn man Alkylamine der Formel  $\text{R}_1\text{-NH}_2$  an Acrylnitril, Acrylsäureester oder Acrylsäureamid anlagert, die entstandenen N-Alkyl-aminopropionsäurederivate mit Anhydriden niedermolekularer Carbonsäuren umsetzt und die erhaltenen N-Acyl-N-Alkylaminopropionsäurederivate mit alkalischen Mitteln bei 60 bis 120 °C, vorzugsweise 80 bis 100 °C, behandelt.

Die Umsetzung der in erster Stufe entstandenen N-Alkylaminopropionsäurederivate kann mit Anhydriden 2 bis 5 Kohlenstoffatome enthaltender Fettsäuren, mit Anhydriden 4 bis 5 Kohlenstoffatome enthaltender gesättigter oder ungesättigter Dicarbonsäuren oder mit Phthalsäureanhydrid vorgenommen werden. Besonders geeignet für diese Umsetzung ist Acetanhydrid.

Als N-Alkylaminopropionsäurederivate sind zu dieser Umsetzung besonders geeignet N-Alkylaminopropionsäureester, die in erster Stufe durch Addition der o.a. Mono-Alkylamine an Acrylsäureester entstehen. Als alkalische Mittel zur Behandlung der in zweiter Stufe erhaltenen N-Acyl-N-alkylaminopropionsäurederivate verwendet man wässrige Alkalien, die 2 bis 50 Gewichtsprozent, vorzugsweise 5 bis 25 Gewichtsprozent Alkali-hydroxid enthalten oder Ammoniakwasser welches 2 bis 35 Gewichtsprozent, vorzugsweise 5 bis 25 Gewichtsprozent Ammoniumhydroxid enthält.

Besonders vorteilhaft wird die Behandlung der N-Acyl-N-alkyl-aminopropionsäurederivate in Gegenwart von 3 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Ausgangsprodukt, an niederen Alkoholen durchgeführt.

Die Anlagerung der primären Alkylamine der Formel  $R_1-NH_2$  an Acrylsäurederivate wie Acrylsäureester, Acrylsäurenitril oder Acrylsäureamid wird in bekannter Weise durchgeführt (vgl. U.S. Patentschriften 2 816 911 und 3 467 707, deutsche Patentschrift 598 185). Mit Vorteil setzt man molare Mengen Alkylamin und Acrylsäureverbindung um, und zwar in Gegenwart von kleinen Mengen (ca. 1% bezogen auf das Gemisch aus Amin und Acrylderivate) konzentrierter Essigsäure bei Temperaturen von 80 bis 90 °C. Zur Beschleunigung der Addition ist es ratsam, die Addition in Anwesenheit kleiner Mengen niederer Alkohole, wie zum Beispiel Äthylalkohol oder Isopropylalkohol, durchzuführen (ca. 3 bis 5 % bezogen auf Reaktionsgemisch).

Als Alkylamine der Formel  $R_1-NH_2$  lassen sich einsetzen; gesättigte oder ungesättigte primäre Amine mit 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen. Beispiele sind: n-Hexylamin, n-Heptylamin, n-Octylamin, n-Nonylamin, n-Decylamin, n-Undecylamin, n-Dodecylamin, n-Tridecylamin, n-Tetradecylamin, n-Pentadecylamin, n-Hexadecylamin, n-Heptadecylamin, n-Octadecylamin, n-Nonadecylamin, n-Eikosylamin, n-Heneikosylamin, n-Dokosylamin, Propoxypropylamin, Butoxypropylamin, Hexoxypropylamin, n-Octyloxypropylamin, Decyloxypropylamin, Dodecyloxypropylamin, Tetradecyloxypropylamin, Hexadecyloxypropylamin, Octadecyloxypropylamin, Oleylamin, Oleyloxypropylamin. Als Acrylsäureester lassen sich einsetzen; Acrylsäuremethylester, Acrylsäureäthylester, Acrylsäurepropylester, Acrylsäurebutylester; man wird jedoch wohlfeilen Handelsprodukten wie Acrylsäureäthylester und Acrylsäuremethylester den Vorzug geben.

Die Umsetzung der N-Alkylaminopropionsäurederivate mit Anhydri-  
den niedermolekularer Carbonsäuren, eine Acylierungsreaktion,  
wird man mit 1 bis 1,2 Mol, vorzugsweise 1,05 bis 1,1 Mol Anhy-  
drid pro Mol N-Alkylaminopropionsäurederivat bei 40 bis 100 °C,  
vorzugsweise 50 bis 80 °C durchführen. Bei einer Reaktionstem-  
peratur von ca. 70 °C ist die Acylierung im allgemeinen nach  
etwa 1 Stunde beendet. Man sollte darauf achten, daß nach der  
Acylierung im Reaktionsgemisch ein Gehalt an basischem Stick-  
stoff unter 0,2 % vorliegt.

Als Anhydride niederer Carbonsäuren, die man zur Acylierung  
der in erster Stufe erhaltenen N-Alkylaminopropionsäurederivate  
einsetzt, kommen infrage: Essigsäureanhydrid, Propionsäurean-  
hydrid, Buttersäureanhydrid, Valeriansäureanhydrid, Isovalerian-  
säureanhydrid, Maleinsäureanhydrid, Bernsteinsäureanhydrid,  
Glutarsäureanhydrid, Phthalsäureanhydrid.

Die betreffenden Anhydride sind leicht zugängliche Handels-  
produkte bzw. technisch leicht zugängliche Verbindungen.

Das nach der Acylierung mit Monocarbonsäureanhydriden erhaltene  
Gemisch aus N-Acyl-N-Alkylaminopropionsäurederivat, äquivalenten  
Mengen Monocarbonsäure und geringen Mengen nicht umgesetzten  
Carbonsäureanhydrid ist in sehr einfacher Weise von den Neben-  
produkten zu befreien.

Die in äquivalenter Menge anfallende Monocarbonsäure ist nied-  
ermolekular und daher sowohl wasserlöslich als auch leicht destil-  
lierbar; somit gibt es zwei Möglichkeiten für deren Entfernung  
mit außerordentlich geringem stofflichem, zeitlichem und tech-  
nischem Aufwand: man löst die Säure mit Wasser heraus, wobei die  
Reste des Anhydrids hydrolysiert und in einem Arbeitsgang mit  
entfernt werden; oder man destilliert die leicht siedende nie-

dermolekulare Carbonsäure einschließlich der Reste des Anhydrids ab ("abtoppen").

Beide Operationen sind außerordentlich leicht, rasch und vollständig durchführbar.

Das nach der Acylierung mit Dicarbonsäureanhydriden anfallende Produkt enthält als Nebenprodukt lediglich geringe Mengen nicht umgesetztes Anhydrid. Da diese ohne merklichen negativen Einfluß auf die Eigenschaften der erfindungsgemäß hergestellten Produkte sind, ist deren Abtrennung nicht erforderlich.

Die Verseifung der N-Acyl-N-alkylaminopropionsäurederivate, welche aus der Acylierung mit Monocarbonsäureanhydriden stammen, wird durch Erhitzen mit 1 bis 1,2 Mol, vorzugsweise 1,05 bis 1,1 Mol wässriger Alkalien durchgeführt. Bei der Verseifung der entsprechenden Produkte, die aus der Acylierung mit Dicarbonsäureanhydriden entstanden sind, benötigt man die doppelte Menge an Alkali. Bei der Verseifung der N-Acyl-N-alkylaminopropionsäureester ist auch die Verseifung mit Ammoniakwasser möglich. Es entstehen die Ammoniumsalze.

Die Verseifung wird bei 60 bis 120 °C, vorzugsweise 80 bis 100 °C, durchgeführt. In vielen Fällen wird durch Anwesenheit kleiner Mengen niederer Alkohole die Verseifungsgeschwindigkeit stark erhöht. Besonders geeignet sind Äthanol und Isopropanol. Man verwendet Mengen von 3 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Ausgangsprodukt. Solche geringen Mengen niederer Alkohole haben i.a. keine Auswirkung auf die anwendungs-technischen Eigenschaften der Endprodukte und können mithin im Reaktionsprodukt verbleiben.

(Es kann für manche Anwendungszwecke vorteilhaft sein, aus den erhaltenen Alkalosalzen Erdalkalosalze oder N-Alkylammoniumsalze herzustellen. Dies gelingt in bekannter Weise durch Umsetzung der freien N-Acyl-N-alkylaminopropionsäuren mit Aminen oder den Oxiden, Hydroxiden oder Karbonaten der Erdalkalien in Form wässriger Aufschlammungen. Die für diese Umsetzung benötigten freien N-Acyl-N-alkylaminopropionsäuren werden aus ihren wässrigen Alkalosalzlösungen, aus denen sie durch Ansäuern mit wässrigen Mineralsäuren ausgeschieden werden, erhalten.)

Die erhaltenen Alkalosalze von N-Acyl-N-alkylaminopropionsäuren eignen sich als Textilhilfsmittel in analoger Weise wie die in der o.a. deutschen Patentschrift 635 522 und der Auslegeschrift 1 127 359 beschriebenen N-Acyl-N-alkylaminoessigsäuren.

Ihre Herstellung gelingt jedoch in sehr viel einfacherer und wirtschaftlicherer Weise, da die Acylierung in nichtwässrigem Medium und folglich ohne Verluste an Acylierungsmittel durchgeführt wird und weiterhin das bei der Acylierung entstehende Mol Carbonsäure durch einfaches Abdestillieren oder durch Auswaschen mit Wasser entfernt werden kann. In überraschender Weise bleibt bei der nachfolgenden Verseifung der Nitril-, Amid-, bzw. Estergruppe die zuvor durch Acylierung eingebrachte N-Acylgruppe erhalten. Der für die Wirkungsweise dieser Verbindungstypen notwendige hydrophobe lange Alkylrest  $R_1$  wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren in erster Stufe durch eine Additionsreaktion eingeführt, bei der keine Nebenprodukte entstehen. Das nach dem Stand der Technik notwendige aufwendige Entfernen großer Mengen höhermolekularer Fettsäuren durch Herauslösen mit wenigstens der doppelten Menge organischer Lösungsmittel wird daher erfindungsgemäß vermieden.

Beispiel 1

966 g (3 Mol) eines Additionsproduktes aus molaren Mengen Stearylamin und Acrylnitril werden unter Rühren mit 322 g (3,15 Mol) Essigsäureanhydrid acetyliert. Die exotherme Reaktion wird durch eine entsprechende Zutropfgeschwindigkeit des Essigsäureanhydrids so reguliert, daß die Umsetzung in einem Temperaturbereich zwischen 50 und 70 °C stattfindet. Nach Beendigung des Zutropfens wird das Reaktionsgemisch solange auf 70 °C erwärmt, bis der Gehalt an basischem Stickstoff weniger als 0,2 % beträgt. Anschließend wird die freie Essigsäure mit heißem Wasser ausgewaschen, wobei gleichzeitig die geringen basischen Anteile in Form des Essigsäuresalzes entfernt werden. Zur Beseitigung der noch verbliebenen Essigsäure wird mit 2 bis 5 Gewichtsprozent Natronlauge nachgewaschen. Nach dem Entwässern werden 1052 g (96,5 % der Theorie) N-Acetylstearylaminopropionitril erhalten.

ber.	N:	7,67 %
gef.	N:	7,7 %
bas.	N:	0,1 %

Das Additionsprodukt aus Stearylamin und Acrylnitril wird wie folgt hergestellt: Ein Gemisch aus 269 g (1 Mol) Stearylamin, 55,6 g (1,05 Mol) Acrylnitril, 16,0 g Isopropanol und 6,1 g Essigsäure (konzentriert) wird unter Rühren 3 Stunden lang auf einer Temperatur von 80 bis 90 °C gehalten. Zu Beginn der Reaktion ist eine merkliche positive Wärmetönung zu beobachten. Nach der oben angeführten Reaktionszeit ist eine praktisch 100-prozentige Umsetzung eingetreten. Das Reaktionsprodukt besteht zu über 95 % aus Stearylaminopropionitril.

209820/1017

Zur Verseifung werden 182 g (0,5 Mol) N-Acetyl-N-stearylaminopropionitril mit 114 g Isopropanol gemischt und in einem Rührgefäß, welches mit Thermometer, Tropftrichter und Rückflußkühler versehen ist, auf Rückfluß erhitzt. Unter Rühren werden langsam 88 g 25 prozentige (0,55 Mol) Natronlauge und 19 ml Wasser eingetropft. Die Zutropfgeschwindigkeit wird so reguliert, daß nur eine geringfügige Trübung auftritt. Die Verseifung ist beendet, wenn keine Ammoniakentwicklung mehr nachzuweisen ist. Die so erhaltene 50 prozentige wässrig-alkoholische Lösung des Natrumsalzes der N-Acetyl-stearylaminopropionsäure ist bei Zimmertemperatur von pastöser Konsistenz. Das erhaltene farblose bis schwach gelb gefärbte Produkt ist in Wasser klar löslich.

#### Beispiel 2

1101 g (3 Mol) des Additionsproduktes aus molaren Mengen Oleylamin und Acrylsäureäthylester werden unter den im Beispiel 1 angeführten Bedingungen mit 322 g (3,15 Mol) Essigsäureanhydrid acetyliert. Nach dem Auswaschen mit Wasser, verdünnter Natronlauge und Trocknen wurden 1178 g (96 % der Theorie) N-Acetyl-oleylaminopropionsäureäthylester als schwach gefärbte Paste erhalten.

ber.	N: 3,42 %
gef.	N: 3,45 %
bas.	N: 0,15 %

Das Additionsprodukt aus Oleylamin und Acrylsäureäthylester wird unter den gleichen Bedingungen wie das unter Beispiel 1 beschriebene Additionsprodukt aus Stearylamin und Acrylnitril

erhalten. Das farblose oder nur schwach gefärbte Reaktionsprodukt besteht zu mehr als 95 % aus dem Alkylaminopropionsäureäthylester.

Zur Verseifung werden 409 g (1,0 Mol) N-Acetyl-oleylaminopropionsäureäthylester, 84 g 50 prozentige (1,05 Mol) Natronlauge und 314 g destilliertes Wasser miteinander gemischt. Das Reaktionsgemisch wird unter Röhren auf 80 °C erwärmt. Schon nach ca. 10 bis 15 Minuten ist eine starke Viskositätszunahme zu beobachten, die das Abstellen des Rührwerkes erforderlich macht. Das Reaktionsgemisch wird noch 2 Stunden auf die oben angeführte Temperatur erwärmt, wodurch die Verseifung zu Ende geführt wird. Die erhaltene wässrigalkoholische ca. 50 prozentige Lösung von N-Acetyl-oleylaminopropionat-Na-Salz erstarrt bei Zimmertemperatur zu einer farblosen Paste, die in Wasser klar löslich ist.

### Beispiel 3

768 g (3 Mol) des Additionsproduktes aus molaren Mengen Laurylamin und Acrylsäureamid werden unter den im Beispiel 1 angeführten Bedingungen mit 322 g (3,15 Mol) Essigsäureanhydrid acetyliert. Nach dem Auswaschen und Trocknen des Produktes werden 823 g (92 % der Theorie) N-Acetyl-laurylaminopropionamid erhalten.

ber.	N: 9,39 %
gef.	N: 9,45 %
bas.	N: 0,2 %

Das Additionsprodukt aus Laurylamin und Acrylamid wird durch 8 stündiges Erwärmen von 555 g (3 Mol) Laurylamin, 234 g (3,3 Mol) Acrylamid,

40 g Isopropanol und 10 g Essigsäure (konz.) auf eine Temperatur von 80 bis 90 °C erhalten.

Die Verseifung des N-Acetyl-laurylaminopropionsäureamides unter den im Beispiel 1 angegebenen Bedingungen ergibt das Natrium-salz der N-Acetyl-laurylaminopropionsäure, welches noch geringe Anteile (ca. 1 bis 2 Gewichtsprozent) des Natriumsalzes der Laurylamino-di-propionsäure enthält. Das Reaktionsgemisch ist eine farblose bis schwach gefärbte Paste, welche in Wasser klar löslich ist.

#### Beispiel 4

Unter Rühren werden in 369 g (1Mol) des auf 60 °C erwärmten Additionsproduktes aus molaren Mengen Stearylamin und Acrylsäureäthylester (Herstellung wie in Beispiel 2 beschrieben) innerhalb von 30 Minuten 98 g (1,0 Mol) Maleinsäureanhydrid eingetragen. Nach Abklingen der exothermen Reaktion wird das Reaktionsgemisch noch 1 Stunde auf 80 °C erwärmt. Nach Auswaschen mit Wasser, verdünnter Essigsäure und Trocknen wurden 435 g (93 % der Theorie) N-Maleinyl-stearylaminopropionsäureäthylester erhalten. Der schwach gelb gefärbte Ester besitzt bei Zimmertemperatur eine wachsartige Konsistenz.

ber.	N: 3,0 %
gef.	N: 3,02 %
bas.	N: 0,1 %

Ein Gemisch von 233,5 g (0,5 Mol) N-Maleinyl-stearylaminopropionsäureäthylester, 75 ml 25 Prozentiges (1,1 Mol) Ammoniakwasser und 162,5 g destilliertes Wasser werden unter Rühren 4 Stunden auf 80 °C erwärmt. Das Fortschreiten der Verseifung lässt sich an der Viskositätszunahme beobachten. Nach dem Ab-

kühlen erstarrt die ca. 50 prozentige wässrig -alkoholische Lösung des Diammonionsalzes der N-Maleinylstearylaminopropionsäure zu einer klaren gelartigen Paste. Das Verseifungsprodukt ist klar wasserlöslich und besitzt einen pH-Wert von ca. 9. Mit Salz- oder Essigsäure kann auf den gewünschten pH-Wert zurückgestellt werden.

#### Beispiel 5

In 1029 g (3 Mol) des Additionsproduktes aus molaren Mengen Lauryloxypropylamin und Acrylsäureäthylester werden unter Rühren 322 g (3,15 Mol) Essigsäureanhydrid eingetropft. Die Umsetzung sowie die Aufarbeitung erfolgt unter den im Beispiel 1 angegebenen Bedingungen. Die Ausbeute an gewaschenem und getrocknetem N-Acetyl-N-lauryloxypropylaminopropionsäureäthylester beträgt 1295 g (97,0 % der Theorie).

ber. ges.	N: 4,08 %
gef. ges.	N: 4,02 %
bas.	N: 0,15 %

Das Additionsprodukt aus Lauryloxypropylamin und Acrylsäureäthylester wird unter den gleichen Bedingungen, wie sie für die Herstellung des im Beispiel 1 angeführten Additionsproduktes aus Stearylamin und Acrylnitril angegeben sind, erhalten.

Die Herstellung des Natriumsalzes der N-Acetyl-N-lauryloxypropylaminopropionsäure erfolgt durch Verseifung von 386 g (1 Mol) des Äthylesters dieser Verbindung mit 84 g (1,05 Mol) Natronlauge (50 Gewichtsprozentige) und 296 g destilliertem Wasser. Die Verseifungsbedingungen entsprechen den im Bei-

spiel 2 angegebenen. Das dabei erhaltene 50 prozentige Verseifungsprodukt bildet bei Raumtemperatur eine Paste und ist in Wasser klar löslich.

### Beispiel 6

570 g (2 Mol) des Additionsproduktes aus molaren Mengen Laurylamin und Acrylsäureäthylester werden unter Rühren mit 332 g (2,1 Mol) Buttersäureanhydrid unter den im Beispiel 1 angegebenen Acylierungsbedingungen umgesetzt. Im Anschluss daran wurde die in äquivalenter Menge entstandene Buttersäure unter vermindertem Druck (15 bis 20  $\text{m}^3/\text{m}$ ) abdestilliert. Die maximale Sumpftemperatur beträgt hierbei 130  $^{\circ}\text{C}$ . Ausbeute: 695 g (=97,8 % der Theorie) N-Butyryl-N-laurylaminopropionsäureäthylester.

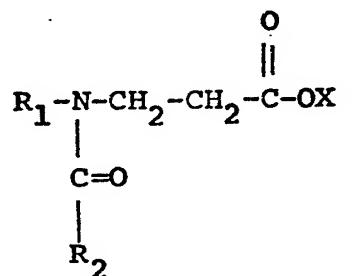
ber. ges.	N: 3,95 %
gef. ges.	N: 3,89 %
bas.	N: 0,2 % Säurezahl: 1,4

Das Additionsprodukt aus Laurylamin und Acrylsäureäthylester wird unter den im Beispiel 1 angegebenen Reaktionsbedingungen, wie sie für die Herstellung des Additionsproduktes aus Stearylamin und Acrylnitril angewendet werden, erhalten.

Das Natriumsalz wird durch Verseifung von 355 g (1 Mol) N-Butyryl-N-laurylaminopropionsäureäthylester mit 84 g 50 Gewichtsprozentige Natronlauge (1,05 Mol) und 270 g destilliertes Wasser unter den im Beispiel 2 angeführten Verseifungsbedingungen erhalten. Das bei Raumtemperatur als Paste vorliegende etwa 50 prozentige Na-Salz der N-Butyryl-N-laurylaminopropionsäure ist in Wasser klar löslich.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Salzen von N-Acyl-N-alkyl-aminopropionsäuren der allgemeinen Formel



in der  $\text{R}_1$  einen gesättigten oder ungesättigten Alkylrest oder Alkoxialkylrest mit 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18, Kohlenstoffatomen,  $\text{R}_2$  einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, einen gesättigten oder ungesättigten Carboxyalkylrest mit 3 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Carboxyphenylrest und  $\text{X}$  ein Alkalimetall oder Ammonium bedeutet,

dadurch gekennzeichnet, daß man in an sich bekannter Weise Alkylamine der Formel  $\text{R}_1-\text{NH}_2$  an Acrylsäurenitril, Acrylsäureester oder Acrylsäureamid anlagert, die entstandenen N-Alkylaminopropionsäurederivate mit Anhydriden niedermolekularer Carbonsäuren umsetzt und die erhaltenen N-Acyl-N-Alkyl-aminopropionsäurederivate mit alkalischen Mitteln bei  $60 - 120^\circ\text{C}$ , vorzugsweise  $80 - 100^\circ\text{C}$ , behandelt.

2. Verfahren nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet, daß man die in erster Stufe entstandenen N-Alkyl-aminopropionsäurederivate mit Anhydriden 2 bis 5 Kohlenstoffatome enthaltender Fettsäuren umsetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet, daß  
209820/1017

man die in erster Stufe entstandenen N-Alkylaminopropionsäurederivate mit Acetanhydrid umsetzt.

4. Verfahren nach Anspruch 1,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man die in erster Stufe entstandenen N-Alkylaminopropionsäurederivate mit Anhydriden 4 bis 5 Kohlenstoffatome enthaltender gesättigter oder ungesättigter Dicarbonsäuren umsetzt.

5. Verfahren nach Anspruch 1,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man die in erster Stufe entstandenen N-Alkylaminopropionsäurederivate mit Phthalsäureanhydrid umsetzt.

6. Verfahren nach Anspruch 1,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man in erster Stufe die Alkylamine an Acrylsäureester anlagert und die entstandenen N-Alkylaminopropionsäureester mit Acetanhydrid umsetzt.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man die in zweiter Stufe erhaltenen N-Acyl-N-alkylaminopropionsäurederivate mit 2 bis 50-, vorzugsweise 5 bis 25-gewichtsprozentiger Alkalilauge oder 2 bis 35-, vorzugsweise 5 bis 35-gewichtsprozentigem wässrigem Ammoniak behandelt.

8. Verfahren nach Anspruch 7,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß in Gegenwart von 3 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Ausgangsprodukt, an niederen Alkoholen gearbeitet wird.